

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-335254

(43) 公開日 平成11年(1999)12月7日

(51) IntCl.⁶

識別記号

F I

A 6 1 K 7/32

A 6 1 K 7/32

7/00

7/00

S

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平10-155369

(22) 出願日

平成10年(1998)5月20日

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 桑田 敏

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内

(72) 発明者 井口 良範

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内

(54) 【発明の名称】 エアゾール組成物

(57) 【要約】

【課題】 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体が配合され、防臭効果、塗布性、使用感に優れたエアゾール組成物を提供すること。

【解決手段】 (A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体 (B) エアゾール噴射剤を含有することを特徴とするエアゾール組成物である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分(A)及び(B)

(A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
(B) エアゾール噴射剤を含有することを特徴とするエアゾール組成物。

【請求項2】 更に、次の成分(C)

(C) 無機粉体を含有することを特徴とする、請求項1記載のエアゾール組成物。

【請求項3】 成分(A)の複合粉体が、a)ビニル基含有オルガノポリシロキサンとb)オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の中油型乳化物に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコンゴム硬化物微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシランを添加し、オルガノトリアルコキシランを加水分解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シリコンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆した複合粉体であることを特徴とする請求項1又は2記載のエアゾール組成物。

【請求項4】 前記球状シリコンゴム硬化物微粒子分散液の球状シリコンゴム硬化物微粒子の平均粒径が、0.1~100 μ mであることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載のエアゾール組成物。

【請求項5】 成分(A)の複合粉体の配合量が0.01~30重量%であることを特徴とする、請求項1~4のいずれかに記載のエアゾール組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、エアゾール組成物において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を含有することにより、防臭効果、使用感、使用性、安定性を向上させたエアゾール組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、制汗剤には、汗によるべたつきや臭いの防止、又は抑制する目的で、タルク、カオリン等の粉体が配合されている。中でも、使用上の簡便性、使用時のエアゾール噴射剤による清涼感より、エアゾールとした組成物が多数販売されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところが、従来のこれらのエアゾール組成物は、防臭効果、及び使用時のさらさら感等の感触が満足いくものでなかったり、あるいはエアゾール組成物中、粉体が沈降して振っても再分散されない等、安定性の面からも粉体を組成物中に配合するにはかなりの制限があった。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を行なった結果、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体をエアゾール組成物

に配合することにより、サラサラ感、のび広がり等の使用感、防臭効果、使用性、安定性の良好なエアゾール組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を配合することを特徴とするエアゾール組成物に関するものである。

【0005】以下、本発明について詳細に説明する。

【0006】本発明に使用される成分(A)の複合粉体は、a)ビニル基含有オルガノポリシロキサンとb)オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の中油型乳化物に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコンゴム硬化物微粒子分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシランを添加し、オルガノトリアルコキシランを加水分解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シリコンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆した複合粉体である。この複合粉体の製造法については特開平7-196815号公報に従えばよい。前記球状シリコンゴム硬化物微粒子分散液の球状シリコンゴム硬化物微粒子の平均粒径は、使用感、使用性において0.1~100 μ mが好ましい。

【0007】本発明のエアゾール組成物中、この複合粉体の配合量は、効果の発現及び使用性において、0.01~30重量%（以下、単に「%」で示す。）が好ましく、更に好ましくは、0.05~10%である。配合量が0.01%より少ないと、さらさら感等の効果が十分に得られず、30%を超えると使用性において好ましくない。又、この複合粉体は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0008】本発明に使用される成分(B)のエアゾール噴射剤としては、フロン11、フロン12、フロン21、フロン113、フロン114、フロン134a等のフロンガス、プロパン、イソブタン、ノルマルブタン、イソペンタン、ネオペンタン等の炭化水素系ガス、及びジメチルエーテル等の液化ガス、更に炭酸ガス、窒素ガス等が挙げられる。

【0009】本発明のエアゾール組成物中、これらのエアゾール噴射剤の配合量は、5~99重量%が好ましい。これらの噴射剤は必要に応じて一種、又は二種以上混合して使用することができる。

【0010】本発明に使用される成分(C)の無機粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状（球状、針状、板状、等）や粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、珪ソウ土、タルク、セリサイト、マイカ、カオリン、モンモリロナイト、クレーベントナイ

ト、パーミキュライト、酸化チタン被覆雲母、雲母チタン、オキシ塩化ビスマス、窒化ホウ素、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、低次酸化チタン、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、セラミックスパウダー、クロルヒドロキシアルミニウム、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩基性臭化アルミニウム、塩基性ヨウ化アルミニウム、クロルヒドロキシアルミニウムジルコニウム、硫酸亜鉛、塩基性乳酸アルミニウム亜鉛、酸化アルミニウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ベンガラ、黒酸化鉄、黄酸化鉄、群青、紺青、酸化クロム、水酸化クロム、カラミン酸、カーボンブラック、これらの複合体が挙げられる。中でも、クロルヒドロキシアルミニウム、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩基性臭化アルミニウム、塩基性ヨウ化アルミニウム、クロルヒドロキシアルミニウムジルコニウム、硫酸亜鉛、塩基性乳酸アルミニウム亜鉛等の水溶性の金属塩が防臭効果の面において特に好ましい。

【0011】本発明のエアゾール組成物中、これらの無機粉体の配合量は、0.01～20重量%が好ましい。これらの無機粉体は必要に応じて、一種、又は二種以上混合して使用することができる。

【0012】本発明のエアゾール組成物には、本発明の効果を妨げない範囲で、通常の化粧品に使用されるいずれのものも添加することができ、例えば、油剤、水、アルコール類、水溶性高分子、皮膜形成剤、界面活性剤、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、粉末、紫外線吸収剤、保湿剤、殺菌剤、防腐剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン等が挙げられる。

【0013】本発明に使用される油剤としては、固体、半固体、液状の油剤のいずれのものも使用することができ、天然動植物油脂類、及び半合成油脂、炭化水素油、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル油、グリセライド油、シリコーン油、フッ素系油剤等が挙げられ、これらの油剤は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0014】アルコール類としては、低級アルコール、糖アルコール等、ステロール等があり、水溶性高分子としては、植物系高分子、微生物系高分子、動物系高分子、デンブ系高分子、セルロース系高分子、アルギン酸系高分子、ビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、アクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー、無機系水溶性高分子等、皮膜形成剤としては、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等がある。

【0015】界面活性剤としては、アニオン性、カチオ

ン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、アニオン性界面活性剤としては、脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩とそのホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ビリジウム塩、イミダゾリウム塩等；非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等；両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が挙げられる。

【0016】油溶性のゲル化剤としては、金属セッケン、アミノ酸誘導体、デキストリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビトールのベンジリデン誘導体等が挙げられ、また、有機変性粘土鉱物も含まれる。

【0017】粉末としては、上記無機粉体の他に有機粉体、界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等が挙げられ、これらの粉体を複合化したり、油剤やシリコーン、又はフッ素化合物で表面処理を行なった粉体でも良く、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0018】紫外線吸収剤としては、安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸系紫外線吸収剤、ケイ皮酸系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙

げられる。

【0019】保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、アロビレングリコール、ジアロビレングリコール、1,3-ブチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等がある。

【0020】防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【0021】酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、DL-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸

等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トラニキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【0022】美肌用成分としては、美白剤、細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類としては、ビタミンA類、ビタミンB2類、ビタミンB6類、ビタミンC類、ビタミンD類、ニコチン酸類、ビタミンE類、ビタミンP、ビオチン等がある。

【0023】本発明において、エアゾール組成物とは、メイクアップ化粧料、皮膚化粧料、頭髮化粧料など、皮膚に外用されるすべてのエアゾール組成物の製品を包含する。

【0024】

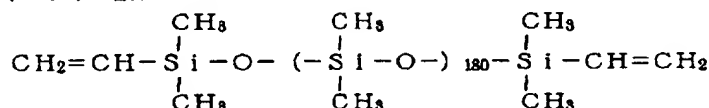
【実施例】以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。

【0025】（製造例1）

次の化学式（1）

【0026】

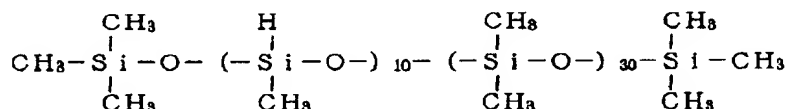
【化1】



【0027】で示される25℃における粘度が600cStのメチルビニルシロキサン500gと、次の化学式（2）

【0028】

【化2】



【0029】で示される25℃における粘度が30cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン20gを、1リットルのガラスビーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン（付加モル数：9モル）オクチルフェニルエーテル1g、水150gを加えて6,000rpmで攪拌、転相してから更に2,000rpm攪拌下、水329gを加え、O/W型エマルションを得た。

【0030】このO/W型エマルションを锚型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液（白金含有量0.05%）1gと、ポリオキシエチレン（付加モル数：9モル）オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加、12時間硬化反応を行ない、球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を得た。この分散液中の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径をコールターカウンター（コールターエレクトロニクス社製）を用いて測定したところ、15μmであった。

【0031】次に、この球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液580g、水2,290g、及びアンモニア水（濃度28重量%）60gを3リットルのガラスフラスコに仕込み、10℃、200rpmの条件で锚型攪拌翼により攪拌を行ない、メチルトリメトキシシラン65gを20分かけて滴下した。液温5～15℃で4時間攪拌、更に55～60℃で1時間攪拌して得られた液を加圧濾過器を用いて水約30%のケーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で105℃で乾燥した後、ジェットミルで解砕して複合粉体を得られた。

【0032】この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物が10重量部被覆されたものであった。

【0033】（製造例2）前記した製造例1におけるO/W型エマルション作成時に使用したポリオキシエチレ

ン(付加モル数:9モル)オクチルフェニルエーテルを5gとし、製造例1と同様にして球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を得たが、この分散液中の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径はコールターカウンターを用いて測定したところ、 $3\mu\text{m}$ であった。この球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を用いて、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、 $3\mu\text{m}$ であった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬

化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物が10重量部被覆されたものであった。

【0034】実施例1及び比較例1～2:制汗剤

表1に示す各組成の制汗剤を製造し、その使用感及び使用性について下記の方法より評価を行った。その結果も併せて表1に示す。

【0035】

【表1】

成 分	実施例1 %	比較例1 %	比較例2 %
1 トリクロサン	0.01	0.01	0.01
2 クロロヒドロキシアルミニウム	1.5	1.5	1.5
3 タルク	1.0	1.0	1.0
4 複合粉体(製造例1)	0.5	—	—
5 ポリメチルシルセスキオキサン粉末(*1)	—	0.5	—
6 シリコーンゴム硬化物粉体(*2)	—	—	0.5
7 ミリスチン酸イソプロピル	2.0	2.0	2.0
8 香料	適 量	適 量	適 量
9 噴射剤	残 量	残 量	残 量
評価項目			
使用時の粉の分散性	◎	○	×
塗布時のさらさら感	◎	◎	◎
後肌のべたつきのなさ	◎	○	○
なめらかさ	◎	×	◎
防臭効果	◎	○	×
総合評価	◎	×	×

【0036】*1:ポリメチルシルセスキオキサン粉末;トスパール3120(球状、平均粒径 $12\mu\text{m}$ 、東芝シリコーン社製)

*2:シリコーンゴム硬化物粉体;トレフィル E501(球状、平均粒径 $10\mu\text{m}$ 、東レ・ダウコーニング社製)

【0037】(製造方法)

A:成分1～8を均一混合する。

B:Aをエアゾール用缶に詰めた後、成分9を充填する。

【0038】(評価方法)女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、使用時の粉の再分散性、塗布時のさらさら感、後肌のべたつきのなさ、なめらかさ、防臭効果について以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

[評価基準]

5点:非常に良好

4点:良好

3点:普通

2点:やや不良

1点:不良

[判定]

◎:平均点4.5以上

○:平均点3.5以上4.5未満

△:平均点2.5以上3.5未満

×:平均点2.5未満

【0039】表1の結果より明らかなように、本発明の複合粉体を配合した実施例1の制汗剤は、比較例1に比べ非常になめらかで、使用感が良く、又、比較例2に比べては、使用時の粉の再分散性が非常に良く、防臭効果も高く、非常に使い易いものであることがわかった。

【0040】実施例2:エアゾール組成物

(成分)	(%)
1. 複合シリコーン粉体(製造例2)	3.0
2. クロロヒドロキシアルミニウム	2.0
3. イソプロピルメチルフェノール	0.3
4. セスキオレイン酸ソルビタン	0.2
5. ミリスチン酸イソプロピル	5.0
6. 香料	適 量
7. 噴射剤	残 量

【0041】(製造方法)

A:成分1～6を混合する。

B:Aをエアゾール用缶に詰めた後、成分7を充填する。

【0042】以上のようにして得られた本発明品のエアゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきや重さがなく、のび広がり軽く、さらっとしたなめらかな感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常に使用性に優れたものであることがわかった。

【0043】実施例3：エアゾール組成物

(成分)	(%)
1. 複合シリコーン粉体(製造例2)	3.0
2. クロルヒドロキシアリミニウム	10.0
3. イソプロピルメチルフェノール	0.1
4. セスキオレイン酸ソルビタン	0.5
5. ミリスチン酸イソプロピル	5.0
6. 香料	適量
7. 噴射剤	残量

【0044】(製造方法)

A：成分1～6を混合する。

B：Aをエアゾール用缶に詰めた後、成分7を充填する。

【0045】以上のようにして得られた本発明品のエアゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきや重さがなく、のび広がり軽く、さらっとしたなめらかな感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常に使用性に優れたものであることがわかった。

【0046】

【発明の効果】本発明に用いられる異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体は、流動性、基材との相溶性に優れ、かつ、凝集性が少なく分散性に優れているため、これを配合する本発明のエアゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきや重さがなくさらさらして、のび広がりも軽く、後肌も、さらっとしたなめらかな感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常に使用性、安定性に優れたものである。